

MOISTURE OR VOLATILITY METER -

Patent Number: JP6308011
Publication date: 1994-11-04
Inventor(s): NISHIMURA TETSUO
Applicant(s): SHIMADZU CORP
Requested Patent: ☐ JP6308011
Application Number: JP19930101493 19930427
Priority Number(s):
IPC Classification: G01N5/04; G01N25/56
EC Classification:
Equivalents: JP3269174B2

Abstract

PURPOSE: To securely dry a sample in a short time to stably obtain a correct moisture content or the like by drying a sample to be measured by heating while a heating temperature for the sample is forced to be strengthened and weakened.

CONSTITUTION: Weight data of a sample before drying is sampled and also a heater 20 starts to heat the sample. Then whether or not OFF conditions of the heater 20 have been reached is determined based on set heating conditions, and if reached the heater 20 is turned OFF and the sample weight data is sampled. While the weight data is being sampled with the sample heated, the heater 20 is forced to turn ON/OFF by an instruction from a control part 40 according to the set conditions, thereby strengthening/weakening a heating temperature for the sample. When a reduction in the weight is determined to be less than a specified weight, the sample is determined to have reached its absolute dry point. The heater 20 is then turned OFF, and the initial weight data and final weight data are used to calculate the moisture content.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11)特許番号

特許第3269174号

(P3269174)

(45)発行日 平成14年 3 月25日 (2002.3.25)

(24)登録日 平成14年 1 月18日 (2002.1.18)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

G 0 1 N 5/04
25/56

G 0 1 N 5/04
25/56

C
D

請求項の数1 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平5-101493

(22)出願日 平成5年4月27日 (1993.4.27)

(65)公開番号 特開平6-308011

(43)公開日 平成6年11月4日 (1994.11.4)

審査請求日 平成11年7月8日 (1999.7.8)

(73)特許権者 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72)発明者 西村 哲夫

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

株式会社島津製作所三条工場内

(74)代理人 100075502

弁理士 倉内 義朗

審査官 ▲高▼見 重雄

(56)参考文献 特開 昭52-80096 (J P, A)

特開 昭59-98222 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

G01N 5/04

G01N 25/56

J I C S T ファイル (J O I S)

(54)【発明の名称】 水分または揮発分計

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 被測定試料の重量を測定する重量測定手段と、その重量測定手段に負荷されている被測定試料を加熱乾燥させる加熱手段およびその制御手段を備え、被測定試料の乾燥前後の重量測定結果から、当該試料の水分率または揮発分率等を求める装置において、上記制御手段は、ON期間とON期間との間に試料表面の熱が試料内部を伝達するのに要するOFF期間を有して上記加熱手段をON/OFF制御することにより、当該加熱手段による加熱温度に強制的な強弱を付与しつつ、被測定試料を加熱乾燥させるよう構成されていることを特徴とする水分または揮発分計。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は試料の水分率や揮発分

2

率、あるいは乾燥に伴う試料の重量減少量を測定するための装置に関し、特に、化学肥料、食品、薬品あるいは配合原料等の粉体や固体塊等の水分率等を測定するのに適した水分または揮発分計に関する。

【0002】

【従来の技術】 被測定試料を電子天びん等の重量測定装置に負荷した状態で、その試料をヒータやランプ等を駆動することによって加熱乾燥させ、乾燥前後の試料重量からその試料の水分率や揮発分率等（以下、単に水分率と称する）を求める装置においては、従来、ヒータやランプ等の近傍に置かれた温度センサによる温度検出結果を採り込み、その温度があらかじめ設定された一定温度を維持するように、ヒータないしはランプ等を制御している。そして、被測定試料の重量減少率ないしは量が一定の値以下となった時点で加熱を停止し、その時点にお

ける試料重量と加熱乾燥前の試料重量とから、水分率等を求めている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】ところで、粉体や固体塊を外部から一定温度で加熱した場合、例えば粒度分布の広い粉体等においては特に、一部試料の表面が焦げてしまい、試料内部からの蒸発が阻害されるという問題があり、また、加熱温度を低く設定すると測定時間が長くなってしまふ反面、高く設定すると試料表面に焼きむらが生じて内部からのスムーズな蒸発を妨げるとともに、電子天びん等の重量測定装置の試料皿に加熱による対流の影響を及ぼし、重量測定値が不安定となって測定誤差の原因となる。

【0004】本発明はこのような実情に鑑みてなされたもので、粉体等の試料表面を焦がすことなく、短時間で確実に試料を乾燥させることができ、安定して正確な水分率等を得ることのできる水分または揮発分計の提供を目的としている。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するため、本発明は、被測定試料の重量を測定する重量測定手段と、その重量測定手段に負荷されている被測定試料を加熱乾燥させる加熱手段およびその制御手段を備え、被測定試料の乾燥前後の重量測定結果から、当該試料の水分率または揮発分率等を求める装置において、上記制御手段は、ON期間とON期間との間に試料表面の熱が試料内部を伝達するのに要するOFF期間を有して上記加熱手段をON/OFF制御することにより、当該加熱手段による加熱温度に強制的な強弱を付与しつつ、被測定試料を加熱乾燥させるよう構成されていることによって特徴づけられる。

【0006】ここで、加熱手段をON/OFFする条件としては、つまりON/OFFするタイミングとしては、加熱温度があらかじめ設定された上限温度および下限温度に到達することとそれぞれOFFおよびON、または、試料の刻々の水分率または揮発分率があらかじめ設定された複数段階の水分率または揮発分率に到達した時点でOFFにし、その時点から一定時間OFFが経過した時点でON、もしくは、加熱手段のONまたはOFF時間があらかじめ設定された一定時間継続すること、等を採用することができる。

【0007】

【作用】粉体や固体塊等の試料の乾燥過程は、その構造を図4に模式的に示すように外殻（表面）部O、中殻部M、および芯部Iに大別して考えると、表面部O→中殻部M→芯部Iの順で熱が伝達して水分が蒸発していく。

【0008】表面部Oの焦げたり焼きむらが生じて中殻部Mないしは芯部Iの蒸発を阻害してしまうのは、加熱による熱が中殻部Mないしは芯部Iに到達してその部分の水分等が蒸発する前に表面部Oの温度が所定時間以上

継続して所定温度以上となるためである。

【0009】そこで本発明では、加熱手段による熱により表面部Oの温度が所定の時間以上に継続して高温とならないように、加熱手段を適宜のタイミングでON/OFFすることで試料の加熱温度に強制的な強弱を与え、加熱による表面部Oの熱を中殻部Mないしは芯部Iに伝達させる。これにより、中殻部Mおよび芯部Iの蒸発がスムーズなものとなるとともに、表面部Oの温度が一定の限度を越えて高温を持続するのを防止できる。

【0010】

【実施例】図1は本発明実施例の構成図である。電子天びん10は、天びんケース11の上面から上方に突出する試料皿12を有し、その試料皿12に作用する荷重に対応する電気信号を出力することができる。

【0011】天びんケース11にはコラム22が装着されており、このコラム21の上部には試料皿12の直上に位置するようにヒータ20が配設されている。また、このヒータ20に近接して温度センサ21が設けられている。

【0012】電子天びん10からの荷重検出力および温度センサ21による温度検出力は、それぞれスイッチ31を介してA-D変換器30によってデジタル化された後、制御部40に採り込まれる。

【0013】ヒータ20はヒータ駆動回路23からの駆動信号によってON/OFF制御されるが、このヒータ駆動回路23は制御部40からの指令に従ってヒータ20をON/OFFするように構成されている。

【0014】制御部40は、CPU41、ROM42およびRAM43等を備えたマイクロコンピュータを主体として構成されており、入出力インターフェース44を介して前記したスイッチ31に所定のタイミングで駆動指令を与えることにより、入出力インターフェース44を介して荷重検出データをサンプリングしつつ、所定のインターバルで温度検出データをサンプリングするように構成されている。また、前記したヒータ駆動回路23への指令についても、入出力インターフェース44を介して出力される。更に、この制御部40には、試料重量または水分率等を表示するための表示器51と、後述する加熱条件等を設定するためのキーボード52が接続されている。

【0015】図2はROM42に書き込まれたプログラムに基づく測定動作手順を示すフローチャートで、以下、この図を参照しつつ本発明実施例の基本的な動作を説明する。

【0016】測定に先立ち、キーボード52を操作してヒータ20による試料の加熱条件を設定した後に測定開始指令を与えると（ST1、ST2）、試料の初期重量つまり乾燥前の重量データを採用する（ST3）とともに、ヒータ20がONとなって（ST4）試料の加熱を開始する。

10

20

30

40

50

【0017】その後、設定された加熱条件に基づき、ヒータ20のOFF条件に達しているか否かを判別し(ST5)、達していなければその状態を継続し、達していればヒータ20をOFFにして(ST6)、試料重量データを採取する(ST7)。次に、その重量データが試料重量がその直前に採取した重量データに対して規定重量 α 以上の差があるか否かを判別する(ST8)。規定重量以上の差がある場合には、試料は絶乾点に達していないと判断して測定を継続するが、この測定継続状態において、ヒータ20のON/OFF状態を判別し(ST9)、ON状態である場合にはST5以下へと戻って同様な手順を繰り返し、OFF状態であればヒータ20のON条件に達しているか否かを判別し(ST10)、達していなければST7以下へと進み、また、達していればST4に戻ってヒータ20をOFFにする。

【0018】以上のように、ヒータ20により試料を加熱しながら重量データをサンプリングしている間、設定された条件に従ってヒータ20を強制的にON/OFFすることにより、試料の加熱温度に強弱を与える。そして、やがてST8において重量減量が規定重量 α 未満と判断したときには、試料が絶乾点に達したとしてヒータ20をOFFにし(ST11)、初期重量データと最終重量データを用いて水分率を算出して表示器51に表示する(ST12)。

【0019】次に、ヒータ20のON/OFF条件の設定の仕方について述べるが、この実施例では、そのON/OFF条件として次の3種類のいずれかを選択できるようにしている。

【0020】第1の方式は、加熱温度の上限値 T_1 、および下限値 T_2 を定める方式で、図3(A)にタイムチャートを示すように、測定開始時にヒータ20をONにした後、温度センサ21による温度検出データが上限値 T_1 に達するとヒータ20をOFFにし、その状態で温度検出データが下限値 T_2 に達するとヒータ20をONにする方式である。

【0021】第2の方式は、あらかじめ複数の試料水分率または揮発分率 P_1, P_2, P, \dots およびヒータのOFF時間 t を設定しておき、図3(B)にタイムチャートを示すように、ヒータ20をONにして試料を加熱し、その加熱乾燥中における刻々の試料重量値を初期の重量値で除して得られる刻々の試料水分率と各設定水分率 P_1, P_2, P, \dots とを比較し、試料水分率が各設定水分率のいずれかに達することにヒータ20をOFFにし、そのOFF状態を上述の一定時間 t だけ継続した時点で、再びヒータ20をONにする方式である。

【0022】また、第3の方式は、測定に先立ってヒータ20のON時間 t_{on} とOFF時間 t_{off} とを設定しておき、図3(C)にタイムチャートを示すように、その各時間 t_{on} および t_{off} に従って一定の周期でヒータ20をON/OFFする方式である。

【0023】以上の各方式のいずれにおいても、ヒータ20による試料の加熱温度は所定の条件のもとに強弱が与えられ、ヒータ20のOFF状態で試料表面の熱が内部に伝達することになり、表面が焦げたり焼きむらが生じる恐れが減少し、内部の水分等の蒸発を妨げにくくなる。このような各方式のいずれを選択するかは、あるいは各方式における具体的な条件は、被測定試料の性質によって実験的ないしは経験的に決定することが望ましい。

【0024】なお、本発明は、以上の実施例のように加熱条件の設定を複数種類のいずれかから選択することに限らず、いずれかの方式のみによって条件設定をするようにしてもよいことは勿論である。ただし、複数種類の方式から任意のものを選択し得るようにしておくと、被測定試料の性質に応じた加熱条件の選択肢が広がって好適である。

【0025】また、本発明における加熱手段としてはヒータのほかランプ等の公知の加熱手段を用い得ることは勿論である。

【0026】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、あらかじめ設定された条件を満たすことに試料の加熱手段をON/OFFすることにより、試料の加熱温度に強制的な強弱を付与しつつ、被測定試料を加熱乾燥させるよう構成したので、従来のように加熱温度が一定温度を維持するように加熱制御する場合に比して、試料の表面部の熱が内部により確実に伝達して試料をむらなく蒸発させることが可能となるとともに、試料表面が焦げたり、焼きむらが生じる等の不具合が生じる恐れが減少することになり、特に粒度分布の広い粉体等の試料に対する水分率等の測定結果の精度が向上し、また、試料表面が焦げることを恐れて加熱温度を必要以上に低温に設定して測定時間が長時間になってしまう等の不具合が解消される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明実施例の構成図

【図2】そのROM42に書き込まれたプログラムに基づく測定動作手順を示すフローチャート

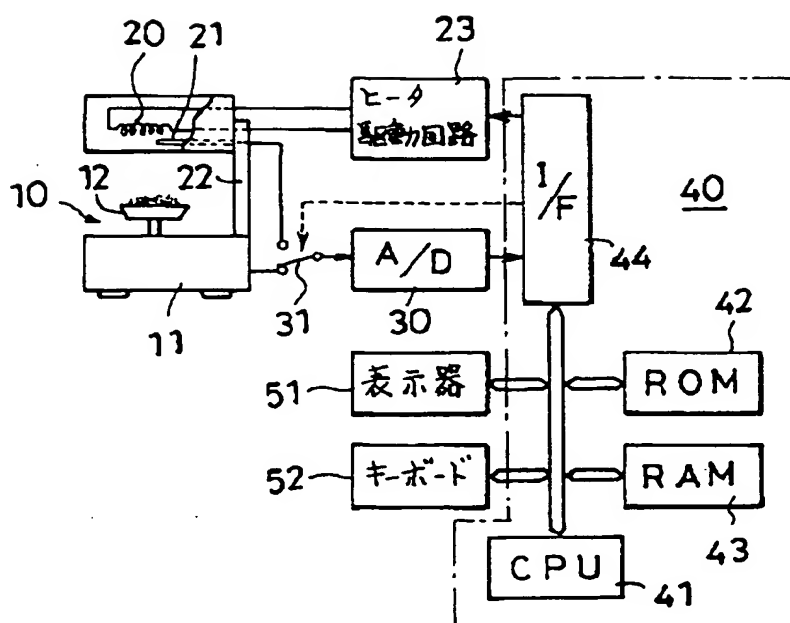
【図3】各加熱条件設定方式によるヒータ20の動作を示すタイムチャート

【図4】粉体や固体塊等の模式的な構造の説明図

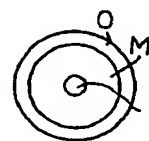
【符号の説明】

- 10 電子天びん
- 12 試料皿
- 20 ヒータ
- 21 温度センサ
- 23 ヒータ駆動回路
- 30 A-D変換器
- 40 制御部
- 50 51 表示器

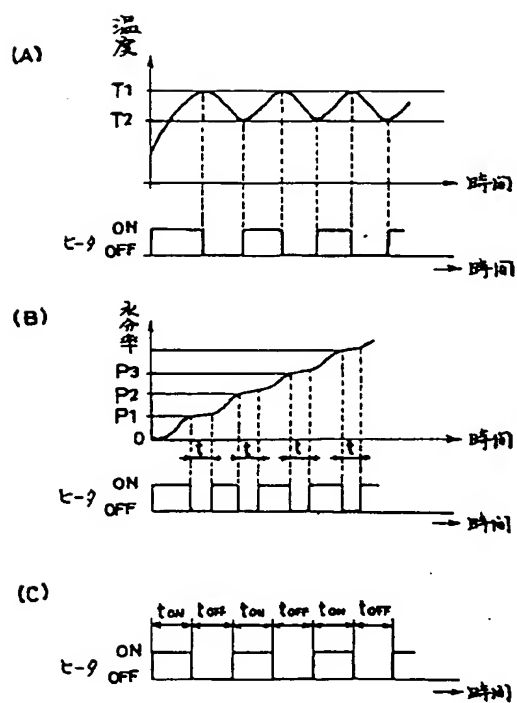
〔図1〕



〔図4〕



〔図3〕



【図2】

